

①, ②  
13 C 11  
(15 F 13)

特 許 庁  
特 許 公 報

特 許 出 願 公 告  
昭 38-12513

公告 昭 38.7.18 出願 昭 35.6.30 特願 昭 35-29586  
優先権主張 1959.7.1 (アメリカ国)

発 明 者	カールユー・ジーン、ド ラムヘラ	アメリカ合衆国オハイオ州ベイヴイリ ツジ、ラスルロウド 266-26
同	ピータ、タマス、マー ス	アメリカ合衆国オハイオ州クリーヴラ ンド、フエアumont、アグイニユー 3417
同	ジョウハンシーグフリ ード、ワグナ	アメリカ合衆国オハイオ州レイクウッド、 レイクウッドハイツ、ブリヴアード 176-09
出 願 人	ユニオン、カーバイド コーポレーション	アメリカ合衆国ニューヨーク州ニュー ヨーク市、イーストフオーティーセカ ンドストリート 30
代 表 者	ジョンアリグザンダ、 ウイリス	
代理人 弁理士	浅 村 成 久 外 3 名	(全 3 頁)

一酸化けい素ペレット状成形物品

発明の詳細な説明

本発明は一酸化けい素ペレット状成形物品およびその製法に関するものである。

一酸化けい素は市場では比較的新しい材料である。近時、光学および電子学的部品の保護被膜として用いるのにこの物質が特に適していることが見出された。保護すべき部品をこの物質で被覆する場合の常法は、これをある源から蒸発させて例えばレンズおよび鏡を被覆するために部品を保護被覆で蒸発メッキすることである。〔インサイクロペディア・オブ・ケミカル・テクノロジー (Encyclopedia of Chemical Technology) 第 12 巻第 443-467 頁銀メッキ (Silvering) の項参照〕。しかし粉末または不規則なカタマリなどの現在市場で利用できる形では、一酸化けい素を有効に利用することはできない。一酸化けい素を、予め定められ再生産できる大きさ、形、密度および他の物理的性質を持つペレット、錠および他の物品にすることが望ましい。

従つて本発明の主目的は、硬く、耐久性があり予め定められ工業的に反復生産できる性質を持つ一酸化けい素を包含するペレット状成形物品を提供するものである。

本発明の他の目的はこのような物品を製造する新規な方法を提供するものである。

本発明はけい素質材料によつて結合した一酸化けい素粒子を包含する被覆材料として用いるに適したペレット状成形物品を提供する。

本発明はさらに、コロイド状けい素質溶液と一酸化けい素粒子とを混ぜ合せることと、この混合物を所望の形に圧縮することと酸素含有ふん囲気中で上昇させた温度においてこの成形物を焼成することとを包含する前記物品の製法を提供する。ここにけい素質というのは、シリカとけい酸とを含むが金属陽イオンを含むけい酸の塩は含まないものとして定義する。

本発明を行行に当り、結合剤としてけい素質材料を用いることが必要である。それは、一酸化けい素は高温で焼結しないし、また純粋に有機質または炭素質結合剤は混合物に不純物を入れるか効果的結合を行行するための一酸化けい素の昇華温度において充分な結合性質を持たないのでこれらを用いることは適当でないからである。

本発明により、一酸化けい素とけい素質材料との比を 4:1-20:1 の範囲としてペレット状成形物品をつくる。しかし一酸化けい素とけい素質材料との比を最低にすると最良の物品が得られるので、できるだけ 4 に近い比を保つことが好ましい。同様に約 280 kg/cm<sup>2</sup> (400 psi) - 約 8400 kg/cm<sup>2</sup> (120000 psi) の範囲の圧力で良好な物品が得られる。一酸化けい素とけい素質材料のこの比の場合には、特に使用圧力が上昇すると製造単価があがるとい観点から、かなり低圧から約 1400 kg/cm<sup>2</sup> (20000 psi) の圧力までを用いるのが有利である。焼成温度は 100°C - 1400°C が有効に用いられる。

しかし好ましい温度範囲は $400^{\circ}\text{C}$ — $900^{\circ}\text{C}$ である。

本発明方法における他の変数は焼成時間である。これは本発明の目的には10から150分の範囲で変えられる。焼成時間、成型圧力、焼成温度等の変数における特定の条件の組合わせは製造の経済的理由により決まる。結合剤と一酸化けい素との比に対して最短時間、最低の温度および圧力を用い意図する用途に適したペレット状成形物品を製造することが望ましい。

満足すべきペレット状成形物品は60メツシュ(U.S.標準ふるい)の程度に粗くしかも325メツシュ(U.S.標準ふるい)通過程度に微細すなわち平均粒子直径 $0.044\text{mm}$ — $0.250\text{mm}$ の一酸化けい素からつくり上げられる。いろいろな粒子径の一酸化けい素の混合物も適当なペレット状成形物品をつくるのに用いるのに満足に利用できる。結合剤の量と成型圧力と焼成の時間および温度は、使用する粒子の大きさ、つくりあげられる仕上がりペレット状成形物品の大きさ、該仕上がり物品に望まれる密度と硬度とによって変える。

本発明を行うに当り焼成工程を酸素含有ふん囲気で行うことが特に重要である。この希望をかなへ本発明の製造を経済的にするために、酸素含有ふん囲気としては空気が好ましい。しかし、他の酸素化ふん囲気と同様に不活性気体と酸素との混合物も本発明の範囲内にあつて良好である。

本発明方法による一酸化けい素ペレット状成形物品は、その表面上にシリカの多孔質の層を有する無定形の一酸化けい素であつて、機械的力により結合して、少なくとも一部分はシリカ母体により結合していると考えられる。

次に例をあげて本発明を説明する。

#### 例 1

200メツシュのふるい( $0.074\text{mm}$ の孔)を全部が通過し、325メツシュのふるい( $0.044\text{mm}$ の孔)を通過しない粒子径の微細に分割された一酸化けい素とコロイド状シリカの85%水溶液とを、一酸化けい素4部と溶液1部の重量比で混合した。この混合物を $1400\text{ kg/cm}^2$ (20000psi)の圧力で成型し、酸素気中で $400^{\circ}\text{C}$ において15分間ベーキングした。

#### 例 2

60メツシュのふるい( $0.0250\text{mm}$ の孔)を全部が通過し、200メツシュのふるい( $0.074\text{mm}$

の孔)を通過しないような粒子径の微細に分割した一酸化けい素とコロイド状シリカの85%水溶液とを、一酸化けい素20部と溶液1部の重量比で混合した。この混合物を空気ふん囲気で $800^{\circ}\text{C}$ において10分間ベーキングした。

#### 例 3

120メツシュのふるい( $0.125\text{mm}$ の孔)は全部が通過するが、325メツシュのふるい( $0.044\text{mm}$ の孔)を通過しないような粒子の微細に分割した一酸化けい素と、コロイド状シリカの85%水溶液とを、一酸化けい素4部と溶液1部の重量比で混合した。この混合物は、 $1400\text{ kg/cm}^2$ (20000psi)の圧力で成型し空気中で $850^{\circ}\text{C}$ で15分間焼成した。

上記の例に記載したペレット状成形物品は、それぞれ適用されるべき最終用途に応じていろいろな寸法を持たせたものである。これらペレット状成形物品の直径は $1.27\text{cm}$ ( $1/2\text{ in}$ )、 $10.95\text{cm}$ ( $8/8\text{ in}$ )または $0.64\text{cm}$ ( $1/4\text{ in}$ )で、長さ $0.4\text{cm}$ ( $5/82\text{ in}$ )、 $0.64\text{cm}$ ( $1/4\text{ in}$ )または $0.87\text{cm}$ ( $11/82\text{ in}$ )であり各物品はその軸に同心円的な $0.01\text{cm}$ (40ミル)の孔を持っている。前記のペレットはすべて均一な純度を持ち、特定寸法および特定処方の各パッチは重量および寸法において均一であつた。各ペレットはまた硬くて強く、チップになつたり粉末化による重量損失あるいはペレットの破壊がなく、全て普通の工場処理と船積み耐えうる。

以上詳細に本発明を説明したが、本発明構成の具体例を要約すれば次のようである。

- 1 けい素質材料としてシリカを用いる後記特許請求の範囲1に記載のペレット状成形物品。
- 2 平均直径 $0.250\text{mm}$ 以下の一酸化けい素を用いる後記特許請求の範囲1または前項1に記載のペレット状成形物品。
- 3 一酸化けい素粒子とけい素質材料とが、一酸化けい素少なくとも4重量部とけい素質材料1重量部の割合で存在する後記特許請求の範囲1または前項1—2に記載のペレット状成形物品。
- 4 一酸化けい素粒子の平均直径が $0.250\text{mm}$ 以下のものを用いる後記特許請求の範囲2に記載の製法。
- 5 コロイド状けい素質材料を85%含むコロイド状けい素質溶液を用いる後記特許請求の範囲2に記載の製法。

6 コロイド状けい素質材料としてシリカを用いる後記特許請求の範囲2に記載の製法。

7 混合物を $280\text{ kg/cm}^2$  (4000 psi) -  $8400\text{ kg/cm}^2$  (120000 psi) の圧力下で所望の形に圧縮する後記特許請求の範囲2に記載の製法。

8 成形物を $100^\circ\text{C}$  -  $140^\circ\text{C}$  の温度で少なくとも10分間ベーキングする後記特許請求の範囲2に記載の製法。

9 一酸化けい素粒子とコロイド状けい素質溶液とを、一酸化けい素少なくとも4重量部とコロイド状けい素質溶液1重量部の割合で用いる後記特許請求の範囲2および前項4-8に記載の製法。

10 後記特許請求の範囲1または前項1-8に記載のペレット状成形物品の被覆材料としての使用

#### 特 許 請 求 の 範 囲

1 けい素質材料によつて結合された一酸化けい素粒子を包含して成り、被覆材料として用いるに適したペレット状成形物品。

2 一酸化けい素粒子とコロイド状けい素質溶液とを混合することとこの混合物を所望の形に圧縮することと、このペレット状成形物を酸素含有雰囲気中で上昇させた温度において焼成することとを包含する一酸化けい素ペレット状成形物品の製法。